

Doc. 1-1 on ss 3 from WPIL using MAX

©Derwent Information

**Prodn. of granulate contg. lubricant and additive - for addn. to synthetic material, by pressing mixt. through perforated plate****Patent Number : NL8104925***International patents classification : B01J 0012 20 B29B 0011 02 C08K 007 16 C08L 027 06***• Abstract :**

NL8104925 A: A granular mixt. of lubricant and at least 1 other additive for the synthetics industry is prepd. by mixing the additives and pressing the mixt. under pressure, through a perforated plate with orifices of dia. 0.5-4 mm (1-2 mm). Pret. the mixt. contains no component, apart from plasticiser, with m.pt. below 40 deg C; partic., the average m.pt. of the mixt. is 50-65 deg C, and the m.pt. of the lubricant is pret. not above 80 deg C. The mixt. esp. contains at least 85 wt% of Pb cpds., and may contain up to about 5 wt% of the synthetic into which the granules are to be incorporated. The amt. of fusible or liq. component, e.g. long-chain esters or paraffins, is 4-15%. The size distribution of the powdery mixt. is 80% 63-200 mu and 20% above 200 mu. The uniform, constant, granulated, contg. stabilisers and other additives, can be used in both hard and soft PVC. The granulate is dust-free. Stabilisers are more active than in powder form. Risk from toxic additives, e.g. Pb cpds., is reduced to a min.

**• Publication data :**Patent Family : NL8104925 A, 19830516 DW1983-23 18p \*Priority n° : 1981NL-0004925, 19811030, 1982NL-0001928  
19820511Covered countries : 1Publications count : 1**• Patentee & Inventor(s) :**Patent assignee : (CHIN-) CHEM IND. HANDEL HON.**• Accession codes :**Accession N° : 1983-55373K [23]Sec. Acc. n° CPI : C1983-053912**• Derwent codes :**Manual code : CPI: A04-E02B A08-A01

A08-M03 A11-A04

Derwent Classes : A31**• Update codes :**Basic update code : 1983-23





10 A Terinzagelegging 11 8104925

Nederland

19 NL

- 54 Werkwijze voor het bereiden van een korrelvormig mengsel van toevoegsels voor de kunststofindustrie door dergelijke toevoegsels te mengen en vervolgens tot een korrelvorm te verwerken.
- 51 Int.Cl.: B01J 2/20, B29B 1/02, C08K 7/16, C08L 27/06.
- 71 Aanvrager: B.V. Chemische Industrie en Handelmaatschappij Wed. Hondorff Block & Braet te Schoonhoven.
- 74 Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.  
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU  
Joh. de Wittlaan 15  
2517 JR 's-Gravenhage.

- 21 Aanvraag Nr. 8104925.
- 22 Ingediend 30 oktober 1981.
- 32 - -
- 33 - -
- 31 - -
- 62 - -

- 43 Ter inzage gelegd 16 mei 1983.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

- Werkwijze voor het bereiden van een korrelvormig mengsel van toevoegsels voor de kunststofindustrie door dergelijke toevoegsels te mengen en vervolgens tot een korrelvorm te verwerken -

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bereiden van een korrelvormig mengsel van toevoegsels voor de kunststofindustrie door dergelijke toevoegsels te mengen en vervolgens tot een korrelvorm te verwerken.

5 Een dergelijke werkwijze is bekend uit het Nederlandse octrooi-schrift 134.744, waarin het verwerken van toxische, niet in geschikte middelen oplosbare, poedervormige stabilisatoren tot stofvrije mengsels, die vrij zijn van weekmakende bestanddelen, wordt beschreven. Bij deze bekende werkwijze wordt een als glijmiddel bruikbare met PVC homogeen  
10 mengbare metaalvrije organische component met een smeltpunt boven  $25^{\circ}\text{C}$  in de vorm van een smelt gemengd met een of meer metaalzeepen van alifatische carbonzuren met lange keten en wordt in de aldus verkregen smelt een of meer basische loodzouten van anorganische of organische zuren gedispergeerd, waarna men het mengsel op een gebruikelijke wijze laat uitkristal-  
15 liseren. Bij voorkeur worden de mengcomponenten zodanig gekozen, dat meer dan 10% daarvan een smeltpunt beneden  $130^{\circ}\text{C}$  bezit.

Als metaalzeep worden calciumstearaat en loodstearaat toegepast.

Uit het Nederlandse octrooi-schrift 133.881 is een werkwijze  
20 voor het granuleren van als verwerkingshulpmiddelen, respectievelijk toevoegsels voor kunststoffen, in het bijzonder polyvinylchloride, geschikte produkten bekend, waarbij poedervormige anorganische en/of metaalzeepstabilisatoren en eventueel vulstoffen, kleurstoffen, antistatica of brandwerende middelen worden gemengd onder toepassing van een organisch  
25 produkt, dat een lange koolwaterstofrest bevat en dat bij kamertemperatuur vast is en niet kleeft, terwijl het smelt- of vloeipunt ervan boven  $40^{\circ}\text{C}$  en het moleculairgewicht boven 150 ligt, als granuleerhulpmiddel. Dit mengsel wordt onder krachtig roeren verwarmd tot boven het smeltpunt van het granuleerhulpmiddel en vervolgens onder koelen en langzamer roe-  
30 ren op kamertemperatuur gebracht. Als granuleerhulpmiddel wordt bij voorkeur een ester van een vetalkohol of een synthetische alkohol met ten minste 6 koolstofatomen en een vetzuur, een ester of partiële ester van een meerwaardige alkohol en een vetzuur, een vetalkohol of een overeenkomstige synthetische alkohol, een vetzuur of een overeenkomstig synthe-  
35 tisch zuur, een paraffine, een synthetische paraffine, een montaanwas, een veredelde montaanwas, een geharde plantaardige of dierlijke olie,

8104925

een vetzuuramide, een vetzuuralkylolamide, een vetzuuralkylolamide-ester, een vetamine, een vetketon, een anhydride van een hoger vetzuur, een alkylfenol, een vetether, een vetalkoholpolyglycolether, een alkylfenol-polyglycolether of een mengsel daarvan, gebruikt. De granuleermiddelen  
5 worden toegepast in een hoeveelheid van 2-40%, bij voorkeur 7-15%, berekend op de te granuleren stof.

Uit het Britse octrooischrift 1.346.082 is het bekend een stabilisatorgranulaat voor chloorbevattende vinylharsen te bereiden door een  
fijnverdeeld, smeltbaar, stabilisatormateriaal of mengsel van fijnver-  
10 deelde stabilisatormaterialen, die ten minste één smeltbaar stabilisator-  
materiaal bevatten, waarbij het smeltbare stabilisatormateriaal bij kamer-  
temperatuur in vaste toestand is en een smeltpunt beneden  $200^{\circ}\text{C}$  heeft,  
mechanisch te roeren waarbij het mechanisch roeren wordt voortgezet tot  
de benodigde energietoevoer voor het handhaven van het roeren en de op-  
15 warmsnelheid ineens abrupt toenemen tengevolge van de agglomeratie van  
het stabilisatormateriaal tot granulaire deeltjes en dan het roeren te  
stoppen. Toegepaste metaalzepen zijn bijvoorbeeld loodstearaat, dibasisch  
loodstearaat, bariumstearaat, bariumlauraat, calciumstearaat, magnesium-  
stearaat, zinkstearaat enz.

20 Uit het Franse octrooischrift 1.358.204 is het bekend een poe-  
dervormige loodverbinding, die als stabilisator moet worden gebruikt, met  
een hoeveelheid vloeibare weekmaker te bekleden, waarbij de hoeveelheid  
weekmaker zo klein dient te zijn dat zij geen nadelige invloeden heeft  
op de mechanische eigenschappen van het te stabiliseren hars. Hiertoe  
25 wordt een suspensie van het poeder met een oplossing van de vloeibare  
weekmaker in een organisch carbonzuur dat met lood een in water onoplos-  
baar zout vormt, geroerd. Als carbonzuur wordt een vetzuur met een rechte  
keten met 6-22 koolstofatomen of een cyclisch carbonzuur toegepast. De  
loodverbinding kan door een precipitatiereactie worden gevormd en de car-  
30 bonzuuroplossing in de weekmaker kan direkt na het neerslaan worden toege-  
voegd. De hoeveelheid weekmaker bedraagt 0,5 à 8%, berekend op het ge-  
wicht van het poeder en de hoeveelheid carbonzuur bedraagt 0,1-2%, bere-  
kend op het gewicht van het poeder.

Het is van belang de loodstabilisatoren in de granulaatvorm te  
35 kunnen verkrijgen omdat bij de toevoeging daarvan aan de kunststof ver-  
spreiding van deze stabilisatoren in de vorm van stof sterk wordt tegen-  
gegaan en de risico's die bij de toepassing van poedervormige loodstabili-  
satoren bestaan ten aanzien van hun toxiciteit daardoor worden verkleind  
respectievelijk worden vermeden.

40 Aan de bestaande granulaatvormen kleven bezwaren, hetzij van

8104925

produktietechnische aard, hetzij van kwalitatieve aard. Door de samenstellingsmethodiek zijn deze produkten vaak niet universeel toepasbaar in de hard- respectievelijk zacht-PVC verwerkende industrie. Met name de toepassing van weekmakers is voor de hard PVC verwerkende industrie  
5 een groot nadeel. Bij het transport van producent tot gebruiker of zelfs bij de gebruiker kan voorts weer stofvorming optreden, waardoor de betreffende granulaten een toxisch risico blijven vormen.

Gevonden werd nu een werkwijze, waarbij men zonder toevoeging van extra middelen een produkt verkrijgt dat praktisch alle voornoemde  
10 bezwaren opheft en waarin alle gebruikelijke toevoegsels aan kunststoffen kunnen worden verwerkt, door het mengsel onder druk te persen door een geperforeerde plaat, waarin zich gaatjes, die desgewenst konisch kunnen verlopen, met een diameter van 0,5-4, bij voorkeur 1-2 mm, bevinden.

Bij deze werkwijze is geen weekmaker nodig. Het verkregen pro-  
15 dukt vertoont door de hoge dispersiegraad van de stabilisatoren in de toevoegsels een relatief grotere stabiliserende werking in polyvinylchloride en heeft een praktisch onbeperkte stabiliteit bij opslag. Bij de werkwijze volgens de uitvinding kan men een of meer anorganische stoffen zoals bijvoorbeeld loodwit, driebasisch loodsulfaat, loodfosfieten  
20 al dan niet gemengd of ook tezamen met metaalzepen, zoals neutrale of basische loodzepen, cadmiumzeppen, bariumzeppen, bariumcadmiumzeppen, alkali- en zinkzeppen granuleren.

De werkwijze volgens de uitvinding maakt het mogelijk de bij de verwerking van de kunststof toegepaste hulpstoffen, in het bijzonder  
25 stabilisatoren en vulstoffen, maar ook kleurstoffen, weekmakers, enz., in een uniforme granulaatvorm te brengen waarbij de glijmiddelen, zoals bij de kunststofverwerking worden toegepast, gebruikt worden als dispersiemedium voor de niet beneden 65°C smeltende componenten in het granulaat. De samenstelling van het granulaat kan aan praktisch alle tech-  
30 nische eisen worden aangepast, voorwaarde daartoe zijn de fabricage-eisen, die gesteld worden op grond van de granuleermethode zelf.

De belangrijkste technische vooruitgang voor de kunststofverwerkende industrie is gelegen in het feit dat deze in principe gebruik kan maken van eenzelfde constante granulaatvorm van stabilisatoren en  
35 andere toevoegingen, die in grote mate stof verspreiden indien zij in poedervorm worden toegepast, zowel bij de fabricage van zacht als van hard PVC. Daarnaast is de stofvrijheid van het granulaat volgens de uitvinding aanmerkelijk beter dan van de bestaande vormen terwijl de activiteit van de stabilisatoren in de kunststof groter is dan bij de  
40 poedervormige produkten. Ook bij breuk treedt bij het produkt van de

8104925

onderhavige werkwijze praktisch geen stofvorming op. Een groot voordeel hiervan is dat de toxische risico's (loodvergiftiging) tot een minimum worden beperkt.

Desgewenst kan men in de samenstelling van het granulaat enkele procenten van de kunststof, waarin men de toepassing beoogt, opnemen (tot ongeveer 5 gew.%). Deze toevoeging van de kunststof in het granulaat heeft echter weinig invloed op de affiniteit van het granulaat tot de kunststof of de verdeelbaarheid daarvan. Bij toepassing van een vloeibare weekmaker wordt bij de keuze van de overige toegepaste componenten (smeltpunten) hiermee rekening gehouden.

De hoge dispersiegraad van de aanvankelijk poedervormige stabilisatoren in de toevoegsels wordt verkregen in twee stappen.

In de eerste stap wordt een mengsel bereid, dat in de tweede stap wordt vervormd door dit onder een druk op de bovenbeschreven wijze te persen door een geperforeerde plaat, die op de binnenzijde van een steunmatrijs is aangebracht. De plaat heeft doelmatig een dikte van 1-4 mm, in de praktijk wordt vaak 2 mm toegepast.

Een dergelijke plaat kan ringvormig worden uitgevoerd en in een gebruikelijke korrelpers, zoals onder andere uit de vee- en diervoederindustrie bekend is, worden toegepast. Deze gebruikelijke inrichtingen zijn in de handel verkrijgbaar. Een dergelijke inrichting bestaat uit een matrijs waarbinnen zich een of meer walsrollen bevinden, die het materiaal door de matrijs persen. Bij de toepassing volgens de uitvinding wordt binnen de matrijs nog een (gebogen) geperforeerde plaat aangebracht. De gaatjes van deze plaat die zich in de matrijs bevindt zijn kleiner dan de gaatjes van de matrijs zelf. Het is zeer verrassend, dat bij de bovenbeschreven constructie een goed resultaat wordt verkregen. Dit omdat bij het persen door een normale matrijs met gaatjes met een diameter van bijvoorbeeld 8-12 mm, een produkt met onvoldoende sterkte of met onbevredigende eigenschappen wordt verkregen. Ook indien men een matrijs met kleinere openingen, bijvoorbeeld met gaatjes van 1-2 mm toe- past, worden geen bevredigende resultaten verkregen. Slechts de werkwijze volgens de uitvinding leidt tot goede resultaten.

De volgens de uitvinding toegepaste geperforeerde plaat met gaatjes van 0,5-4 mm, bij voorkeur 1-2 mm, is bij voorkeur een hardverchromde chroomnikkelplaat. Met voordeel zijn de gaatjes in de geperforeerde plaat aan de zijde van de walsrollen wijder dan aan de zijde van de steunmatrijs. Hierdoor is minder energietoevoer nodig. Geschikt is bijvoorbeeld konisch 1:10. Andere verhoudingen kunnen ook toegepast worden. Een geschikte wanddikte voor de steunmatrijs is 20-30 mm.

Dit is dunner dan voor andere matrijzen gebruikelijk is. Door de gaatjes in de steunmatrijs konisch (naar buiten toe verwijderd) uit te voeren wordt een beter gevormd produkt met minder storingen verkregen. Met voordeel zijn de gaatjes in de steunmatrijs konisch (bijvoorbeeld  
5 1:10) en verlopen daarbij wijder naar buiten. Dit is in tegenstelling tot wat gebruikelijk is.

Afhankelijk van het in de eerste stap gemaakte produkt wordt de hoeveelheid aan de inrichting toegevoerd mengsel of afzonderlijke bestanddelen en het toerental van de korrelpers ingesteld opdat de temperatuur  
10 van het granulaat dat de korrelpers verlaat niet te hoog wordt.

In het algemeen is het niet raadzaam dat het granulaat dat de korrelpers verlaat een hogere temperatuur heeft dan 40°C (gemeten met een in de afvoer geplaatst thermokoppel). De lengte waarop het draadvormige produkt afbreekt na het verlaten van de matrijs wordt bepaald  
15 door de samenstelling, temperatuur, persdruk, toerental en afstand van de rol tot de binnenmatrijs en kan derhalve ook door keuze van deze parameters worden beïnvloed. Het produkt heeft dan een constante diameter. De gebruikelijke lengte bedraagt 5-10 mm, hoewel afwijkingen vanzelfsprekend mogelijk zijn.

20 Tengevolge van de persdruk, die tijdens het granuleren op het toegevoerde mengsel wordt uitgeoefend, treedt een fractionele verbetering in de dispersiegraad van de stabilisatoren op, hetgeen de activiteit van de stabilisatoren verhoogt.

Tengevolge van de persdruk tijdens het granuleren treedt een  
25 temperatuurverhoging op, welke beperkt dient te worden om te voorkomen, dat de in het toegevoerde produkt aanwezige toevoegsels tijdens het granuleerproces smelten. Indien dit bedoelde smeltpunt of smelttraject wordt bereikt wordt het toegevoerde produkt te week en ontstaat niet het gewenste korrelvormig produkt. De temperatuurverhoging kan worden be-  
30 perkt door aanpassing van toerental en instelling van het produktievolume. Ook de afstand van de rol of rollen tot de binnenmatrijs hebben hier invloed op. In het algemeen kan worden gesteld, dat een grotere afstand van de rol tot de binnenmatrijs (geperforeerde plaat) leidt tot een grotere temperatuurontwikkeling.

35 Het is voordelig een inrichting te gebruiken waarbij de afstand van de wals rondom de (binnen)matrijs instelbaar is. Dergelijke inrichtingen zijn op zichzelf reeds bekend. Bij toepassing van een dergelijke inrichting kan men bij een (mager) produkt, dat wil zeggen een produkt met weinig weekmakers en glijmiddelen, de walsrol verder van de matrijs  
40 worden afgeplaatst en men kan dan toch een goed produkt verkrijgen. Bij

8104925



een (vetter) produkt kan men de rol dichter op de matrijs laten draaien en dan een goed produkt verkrijgen.

Na het persen laat men het produkt afkoelen tot kamertemperatuur op zodanige wijze, dat de verkregen vorm behouden blijft..

5 Bij deze methode van granuleren wordt doelmatig een mengsel toegepast waarvan het gemiddelde smeltpunt in het algemeen boven  $40^{\circ}\text{C}$  ligt, meer in het bijzonder past men een mengsel toe, dat met uitzondering van de weekmaker, geen bestanddelen bevat, waarvan het smeltpunt beneden  $40^{\circ}\text{C}$  ligt. Het hoogste smeltpunt van enig toegepast glijmiddel is afhankelijk  
10 van de door de gebruiker opgegeven limiet en ligt in het algemeen niet boven de  $80^{\circ}\text{C}$ . Het te bereiken gemiddelde smeltpunt van de glijmiddelen al dan niet gecombineerd met een of meer weekmakers ligt dan bij voorkeur tussen  $50$  en  $65^{\circ}\text{C}$ .

Het mengsel, dat in het granulaat wordt omgezet, kan door diverse  
15 menginrichtingen worden verkregen. Doelmatig worden menginrichtingen toegepast die aan twee belangrijke voorwaarden voldoen, namelijk:

- 1) een relatief hoog toerental ter verkrijging van hoge afschuifkrachten op deeltjes die door het mengorgaan worden meegenomen;
- 2) een constant goede homogene menging van al het materiaal.

20 Geschikte mengers voor dit doel kunnen bijvoorbeeld zijn de zogenaamde dissolvers met een propellor/tandkranscombinatiemengorgaan of daarmee vergelijkbare mengprincipes resp. snelmengers van het merk Diosna en dergelijke.

Voor de vorming van het geschikte materiaal voor de granulator  
25 worden de verschillende bestanddelen als anorganische stabilisatoren, organische metaal/alkalimetaal/zinkzepen, vulstoffen en eventueel pigmenten, antistatica en/of andere toevoegsels zoals bijvoorbeeld weekmakers en de smeltbare additieven, al dan niet voorgemengd, in een menginrichting gebracht, die niet verwarm- of koelbaar hoeft te zijn.

30 Door het mengorgaan worden krachten op het mengsel uitgeoefend die temperatuurverhogend werken.

De samenstelling van het materiaal, geschikt voor de bewerking volgens de hiervoor beschreven granuleermethode dient, afgezien van de smelttemperatuurbependingen, aan een belangrijk criterium te voldoen,  
35 namelijk een zodanig (laag) percentage ( $4-15\%$ ) smeltbare en/of vloeibare toevoegsels (afhankelijk van het olie-absorptiegetal der poedervormige, niet beneden  $110^{\circ}\text{C}$  smeltbare componenten) dat de onder de toegepaste omstandigheden niet smeltbare stabilisatoren en/of metaalzepen optimaal, in deze toevoegsels en eventuele andere toevoegingen als  
40 weekmakers, kunnen worden gedispergeerd. Tijdens dit dispergeren ont-

8104925

staat warmte die de temperatuur van het materiaal doet toenemen. Deze temperatuurverhoging komt de snelheid en graad van dispersie ten goede echter tot het moment dat het materiaal het gemiddelde smeltpunt der smeltbare toevoegsels (meestal tussen 50-65°C) bereikt. Bij overschrijding van bedoeld smeltpunt treedt klontvorming op en is het materiaal onbruikbaar voor de bovenomschreven granuleermethode. Het gewenste toerental van het mengorgaan wordt mede bepaald door de samenstelling van het gewenste granulaat. Het door het mengorgaan opgenomen vermogen (Ampères) is de best waarneembare maatstaf voor het bepalen van het moment (indirekt dus de temperatuur) waarop het dispergeren ogenblikkelijk moet worden gestaakt en een optimale dispersie van de niet beneden 110°C smeltbare componenten en andere vaste bestanddelen in de smeltbare en/of vloeibare toevoegsels is bereikt. Bij overschrijding van het gemiddelde smeltpunt van de toevoegsels treedt een spontane toename van het opgenomen vermogen door het mengorgaan op en wel wordt het aanvangsvermogen, vermenigvuldigd met factor 2, snel overschreden. Deze factor 2 is op zichzelf geen maat maar wel een indicatie voor het punt waarbij toevoegsels beginnen te smelten. De deskundige zal na enige malen werken voor een mengsel met een gegeven samenstelling vrij nauwkeurig weten wat de factor voor dat gegeven geval is. Ook een visuele beoordeling van het materiaal zal iemand die ervaring met deze werkwijze heeft in staat stellen te beoordelen wanneer het punt is bereikt, waarop het dispergeren moet worden gestaakt. De visuele beoordeling kan geschieden aan de hand van de grootte van de verkregen korrels. De grootte van de korrels is ook van belang voor het instellen van de afstand van de wals rondom de binnenmatrijs. Bij grotere korrels zal de afstand van de rol tot de persmatrijs kleiner zijn dan bij kleine korrels.

Het warme griesmeelachtige materiaal met een globale verdeling naar deeltjesgrootte van: 80% 63-200 µ  
20% groter dan 200 µ  
dat op deze wijze verkregen wordt en dat een stortgewicht heeft gekregen dat ongeveer het dubbele is van het stortgewicht vóór de disperseerfase wordt bij voorkeur tot kamertemperatuur afgekoeld alvorens aan de granuleerbehandeling te worden onderworpen. Hiervoor kunnen normale langzaam lopende (lint-)koelmengers worden gebruikt, koel(schroef) transporteurs of hiermede vergelijkbare apparaten.

Tevens geeft de bovenomschreven disperseermethode de mogelijkheid om in de samenstelling van het materiaal geschikt voor de bovenomschreven granuleerbewerking, pigmenten, vulstoffen en andere in de PVC-industrie toegepaste poedervormige grondstoffen op te nemen, terwijl het

8104925

mogelijk is om het granulaat voor méér dan 85% te laten bestaan uit anorganische en onoplosbare organische loodverbindingen gezamenlijk.

Als niet-smeltende stabilisatoren kunnen worden gebruikt: anorganische/organische lood- BA/CA zouten.

5 Als smeltbare toevoegsels kunnen worden gebruikt: glijmiddelen zoals gewoonlijk bij de kunststofverwerking toegepast, meestal met een koolwaterstofrest met lange keten zoals esters uit vetalkoholen of synthetische alkoholen en vetzuren, etc. Ook geschikt zijn paraffinen, montaanwassen, etc.

10 Als overige toevoegsels kunnen onder meer worden gebruikt: de gebruikelijke vulstoffen als krijt, pigmenten, ultraviolet absorptiemiddelen en weekmakers als geëpoxeerde oliën, phtalaat-weekmakers en fosfaatweekmakers en antioxydanten, brandvertragende middelen.

15 Het afkoelen na het granuleren kan gewoon aan de lucht of in een doelmatige koelinrichting geschieden. Bijzonder voordelig is het gebruik van een spiraalkoeler ("Wendelförderer"). Na het koelen worden desgewenst eventuele fijne deeltjes afgezeefd, deze kleine deeltjes kunnen weer teruggevoerd worden naar het granuleerproces. De verkregen perskorrels kunnen na het koelen worden afgevoerd naar een verpakkings-  
20 inrichting..

De uitvinding wordt nader toegelicht aan de hand van bijgaande figuren 1 t/m 7, welke niet op schaal zijn weergegeven en welke slechts ter illustratie dienen en niet beperkend dienen te worden uitgelegd.

25 Fig. 1 geeft een matrijs weer. In deze figuur is 1 een matrijs zoals in gebruikelijke korrelpersen wordt toegepast, met dien verstande dat de boringen hier konisch verlopen. Deze matrijs is aan de binnenzijde voorzien van een ringvormige plaat 2, waarin kleine openingen aanwezig zijn. Deze plaat 2 is in de matrijs vastgezet met behulp van klemring 3.

30 In fig. 2 wordt een detail van de matrijs met de daaraan liggende cilindervormige plaat weergegeven. De plaat is voorzien van kleine openingen, welke gedeeltelijk liggen tegenover grotere openingen in de matrijs, welke in feite dienst doet als steunmatrijs. Voor zover een opening in de plaat aanwezig is tegenover een opening in de matrijs  
35 kunnen hierdoor bij het persen door de plaat ontstane korrels direkt worden afgevoerd en ondervinden deze geen verdere weerstand. Ook in fig. 2 stelt 1 de matrijs, hier dus steunmatrijs, voor en 2 stelt de plaat voor.

40 Fig. 3 is weer een detail van de steunmatrijs met daar tegenaan liggende plaat. Fig. 3 is een gedeelte van de doorsnede loodrecht op

8104925

de as van de matrijs. Ook hier is weer 1 de steunmatrijs en 2 de plaat.

Fig. 4 geeft een bovenaanzicht weer van de plaat, in dit geval zijn de perforaties in een verspringend patroon aangebracht. Het zal  
5 duidelijk zijn dat de uitvinding niet tot dit patroon beperkt is. De in een dergelijk patroon bestaande hartafstand tussen de gaatjes wordt steek genoemd.

Fig. 5 geeft de gang van zaken bij een voorkeursuitvoeringsvorm schematisch aan. Bestanddelen worden via leiding 4 (of meer leidingen)  
10 in voormenger 5 geleid en daar gemengd. Via leiding 6 wordt het produkt naar de dispergeerinrichting of verdichter 7 geleid, waar het mengsel verdicht wordt tot bijvoorbeeld tweemaal de oorspronkelijke dichtheid. Van 7 wordt het produkt via leiding 8 naar de korrelpers 9 geleid, waar-  
15 in eventueel direkt (via leiding 10) andere bestanddelen kunnen worden gebracht en na het persen worden de verkregen korrels in een (niet noodzakelijke) koelinrichting 11 opgevangen (doelmatig een spiraalkoeler, zoals weergegeven in de figuren 6 en 7). Het verkregen produkt wordt via leiding 12 naar zeef 13 geleid. De korrels gaan via leiding 14 naar verpakkingsinrichting 15 en worden daar verpakt en afgevoerd, de  
20 fijne bestanddelen worden via leiding 16 teruggeleid naar korrelpers 9.

Fig. 6 geeft een spiraalkoeler weer. Het produkt wordt door trillen over de spiraal getransporteerd, waarbij door de dubbele bodem van de spiraal (zie details in fig. 7) een koelvloeistof kan worden geleid.

# Voorbeeld I

In een Henschel menger met een bruto inhoud van 160 liter, welke voorzien is van motoren met een toerental van 1450/2900 toeren per minuut, waarbij het toerental van het mengorgaan 580/1160 toeren per minuut bedraagt wordt

5 het volgende mengsel gebracht:

stabilisator, 3-basisch loodsulfaat	40.60	gew.dln
stabilisator, 2-basisch loodfosfiet	19.23	"
stabilisator/glijmiddel, loodstearaat 28%	17.55	"
stabilisator/glijmiddel, calcium-stearaat	10.25	"

87.63 gew.dln

10

(a) bindmiddel, stearinezuur, smeltpunt 57°C	4,00	gew.dln
(b) bindmiddel, 12-hydroxy-stearinezuur, smtp. 75°C	4,53	"
(c) geëpoxydeerde soja-olie, smeltpunt 15°C	2,81	"
(d) anti-oxydant, smeltpunt 60°C	1,03	"

12,37 "

15

De niet voorverwarmde

Totaal

100,00 gew.dln

De menger wordt gestart bij het hoge toerental en de temperatuur loopt vervolgens snel op, in ongeveer 15 minuten is een temperatuur van ongeveer 50°C bereikt, waarbij de stoffen (a), (c) en (d) week en/of gesmol-

20 ten zijn. De toename van het krachtverbruik is dan zodanig, dat overgescha-

keld moet worden op het lage toerental.

De stof (b) bevindt zich nu in haar verwekingstrajekt en door de kracht van het mengorgaan (tip-snelheid) treedt een plaatselijk voldoende bevochtiging met de pigmentdeeltjes op.

25 Het opgenomen vermogen neemt verder toe en bij een 100% toename van het vermogen is de gewenste verdichtingsgraad bereikt en is een naar samen-

stelling homogeen mengsel ontstaan met een poedervormige/griesmeelstruc-

tuur met een temperatuur van  $\pm 70^{\circ}\text{C}$ .

Na het bereiken van deze verdichtingstoestand (volumevermindering van

30  $\pm 50\%$ ) wordt de menger direkt geleege in een opvangkoelmenger.

(Dit koelen dient ter vermindering van elk risico dat het verkregen produkt tijdens verder transport naar de korrelpers kleeft).

Het materiaal wordt vervolgens in een Henkton-pers geperst. Hierbij wordt de persmatrijs als hulpmatrijs toegepast en is in deze matrijs een

35 <sup>met een dikte van 2 mm en</sup> geperforeerde plaat met perforaties van 1,1 mm diameter waarbij de steek

3,5 mm bedraagt, aangebracht, welke als eigenlijke matrijs werkt.

Het persen wordt uitgevoerd bij een temperatuur in de verwekings-

zone van de gezamenlijke bindmiddelen en wel bij 35-45°C.

Het aldus verkregen granulaat werd vervolgens <sup>in een spiraalkoeler</sup> gekoeld en gezeefd ter

8104025

verkrijging van het gerede produkt.

Voorbeeld II

Voorbeeld I werd herhaald maar de ~~spiraalkoeler~~ werd niet toegepast, ook hierbij werd een produkt met dezelfde goede eigenschappen verkregen.

Voorbeeld III

Dit voorbeeld werd uitgevoerd in de in voorbeeld I beschreven inrichting, waarbij in de menger de volgende bestanddelen werden gebracht:

	stabilisator, loodwit	85,55 gew.dln	
10	stabilisator/glijmiddel, 2-basisch loodstearaat 51%	4,66 "	
		<hr/>	90.21 gew.dln
	(a) bindmiddel, dicarbonzuur-ester smeltpunt 43°C	4,66 gew.dln	
15	(b) bindmiddel, montaanzuur-ester smeltpunt 82°C	4,66 "	
	(c) anti-oxydant, diphyllolpropane smeltpunt 60°C	0,47 "	
		<hr/>	9,79 "
20	Totaal		100,00 gew.dln

Het mengsel wordt eerst 15 minuten bij het lage toerental gemengd tot een temperatuur van 55 à 60°C is bereikt. De componenten (a) en (c) zijn bij deze temperatuur gesmolten en komponent (b) bevindt zich in de verwerkingszone. De stabilisatoren worden door het mengsel bevochtigd en worden verdicht.

Na het bereiken van deze verdichtingstoestand (volumevermindering van  $\pm 50\%$ ) wordt de menger direkt in de koelmenger geleege.

Een stofvrije vorm wordt verkregen door het materiaal te persen. Het materiaal wordt op de in voorbeeld I beschreven wijze geperst.

Het aldus verkregen granulaat wordt vervolgens gekoeld en gezeefd en is dan voor gebruik gereed.

Voorbeeld IV

Voorbeeld III werd herhaald zonder toepassing van de spiraalkoeler waarbij eveneens een goed resultaat werd verkregen.

Voorbeeld V

Een mengsel met de onderstaande samenstelling

8104925

	s tabilisator, 3-basisch loodsulfaat	85,23 gew.dln		
	stabilisator/glijmiddel, loodstearaat 28%	3,55 "		
			88,78 gew.dln	
5	(a) bindmiddel, dicarbonzuur-ester, smeltpunt 43°C	2,13 gew.dln		
	(b) bindmiddel, stearinezuur smeltpunt 57°C	5,33 "		
	(c) bindmiddel, cetyl-stearyl alcohol 50/50 smeltpunt 53°C	3,55 "		
10	(d) anti-oxydant, octyl- phenol smeltpunt 50°C	0,21 "	11,22 "	
	Totaal		100.00 gew.dln	

werd in de in voorbeeld I beschreven inrichting gebracht.

Het mengsel werd eerst bij een laag toerental gemengd gedurende 15  
 15 minuten. De temperatuur stijgt hierbij snel en bij een temperatuur van  
 $\pm 40^{\circ}\text{C}$  begint het verdichtings/bevochtigingsproces op te treden. Het  
 krachtverbruik neemt toe. Bij  $\pm 55^{\circ}\text{C}$  en een krachtverbruiktoename van  
 $\pm 80\%$  ten opzichte van het krachtverbruik bij het begin is het eindpunt  
 bereikt en vertoont het mengsel de in de voorbeelden I t/m IV voor dezelf-  
 20 de fase beschreven eigenschappen.

Na het bereiken van deze verdichtingstoestand (volumevermindering  
 van  $\pm 50\%$ ) wordt de menger direct leeg gemaakt in een opvang-koelmenger.

De stofvrije vorm wordt vervolgens verkregen door het materiaal op  
 de in voorbeeld I beschreven wijze te persen.

25 Het aldus verkregen granulaat wordt vervolgens gekoeld en gezeefd en  
 is dan voor gebruik gereed.

#### Voorbeeld VI

Op dezelfde wijze als in voorbeeld V werd tewerk gegaan, maar de  
 opvang-koelmenger werd niet toegepast. Hierbij werden eveneens goede  
 30 resultaten verkregen.

#### Voorbeeld VII

Het volgende mengsel

	stabilisator, 2-basisch loodftalaat	80,05 gew.dln	
	stabilisator/glijmiddel, loodstearaat 28%	6,57 "	
			86,62 gew.dln
	(a) bindmiddel, stearinezuur smeltpunt 57°C	6,57 gew.dln	
5	(b) bindmiddel, cetyl-stearyl alcohol 50/50 smeltpunt 53°C	6,57 "	
	(c) anti-oxydant, diphytol-propane smeltpunt 60°C	0,24 "	
			13,38 "
10	Totaal		100,00 gew.dln

wordt in de in voorbeeld I beschreven inrichting gebracht. Het mengsel wordt eerst bij een laag toerental gedurende ongeveer 15 minuten gemengd waarbij de temperatuur snel stijgt. Bij een temperatuur van 45°C verloopt het verdichtings/bevochtigingsproces. Het krachtverbruik neemt toe. Bij 15 een temperatuur van  $\pm 55^{\circ}\text{C}$  en een krachtverbruiktoename van  $\pm 70\%$  is het eindprodukt bereikt en vertoont het mengsel dezelfde eigenschappen als in de voorbeelden I t/m VI in hetzelfde stadium.

Na het bereiken van deze verdichtingstoestand (volume-vermindering van  $\pm 50\%$ ) wordt de menger direkt in een opvang-koelmenger geleeegd.

20 De stofvrije vorm wordt verkregen door het materiaal te persen op de in voorbeeld I beschreven wijze. Het aldus verkregen granulaat wordt vervolgens gekoeld en gezeefd en is dan voor gebruik gereed.

#### Voorbeeld VIII

25 Voorbeeld VII werd herhaald met dien verstande dat er geen opvang-koelmenger en spiraalkoeler werden toegepast. Eveneens werd een mengsel verkregen met dezelfde goede eigenschappen.



### CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het bereiden van een korrelvormig mengsel van glijmiddel en een of meer andere toevoegsels voor de kunststofindustrie door dergelijke toevoegsels te mengen en vervolgens tot een korrelvorm: 5 te verwerken, met het kenmerk, dat men het mengsel onder druk perst door een geperforeerde plaat, waarin zich gaatjes met een diameter van 0,5-4 mm bevinden.

2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat men een plaat met gaatjes met een diameter van 1-2 mm toe- 10 past.

3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat men een plaat toepast, die wordt ondersteund door een cirkelvormige steunmatrijs.

4. Werkwijze volgens conclusie 1-3, met het kenmerk, dat men deze werkwijze uitvoert in een gebruikelijke korrelpers, 15 waarin tussen de normale matrijs en de rol of de rollen de geperforeerde plaat met gaatjes met een diameter van 1-2 mm is aangebracht.

5. Werkwijze volgens conclusie 4, met het kenmerk, dat men het toerental en de hoeveelheid toegevoegd mengsel zodanig instelt, dat de temperatuur van het granulaat dat de inrichting ver- 20 laat niet boven 40°C komt.

6. Werkwijze volgens conclusie 1-5, met het kenmerk, dat men korrels met een lengte van 5-10 mm vervaardigt.

7. Werkwijze volgens conclusie 1-6, met het kenmerk, dat men een mengsel toepast, dat met uitzondering van de week- 25 maker geen bestanddelen bevat, waarvan het smeltpunt beneden 40°C ligt.

8. Werkwijze volgens conclusie 7, met het kenmerk, dat men een mengsel toepast met een gemiddeld smeltpunt van 30 50-65°C.

9. Korrelvormig produkt verkregen volgens de werkwijze van conclusie 1-8.

10. Korrelvormig produkt volgens conclusie 9, gekenmerkt door een gehalte van ten minste 85 gew.% aan loodverbindingen. 35

11. Inrichting geschikt voor het bereiden van het produkt volgens conclusie 1-8, gekenmerkt doordat in een gebruikelijke korrelpers een van openingen voorziene plaat is aangebracht tussen de walsen en de matrijs.

---

8104925

fig-1

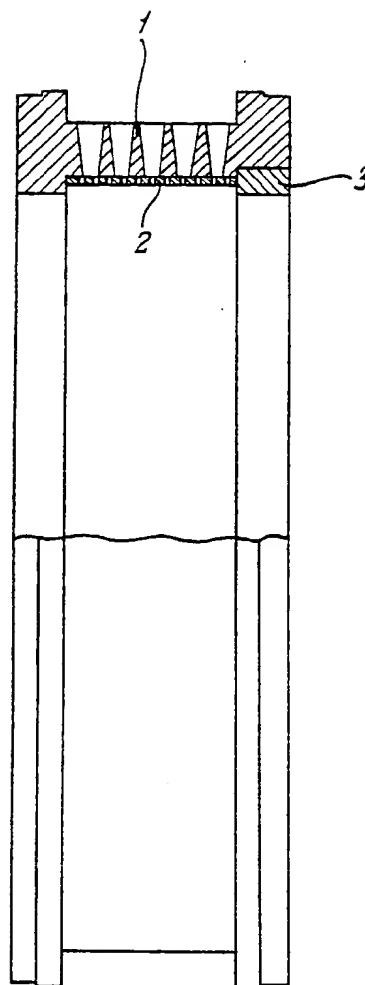
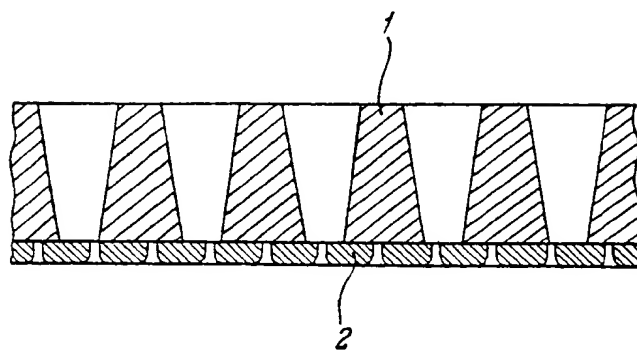


fig-2



8104925

fig-3

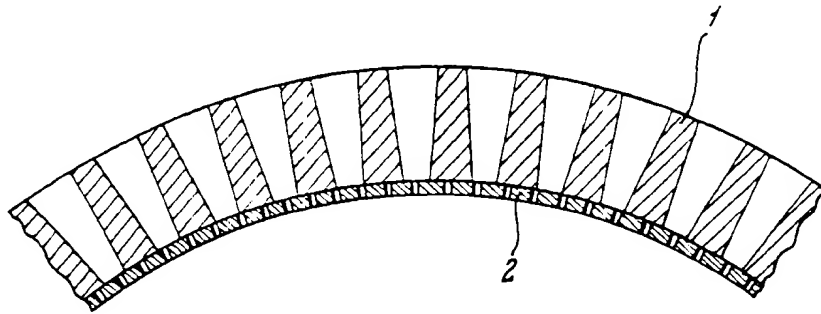


fig-4

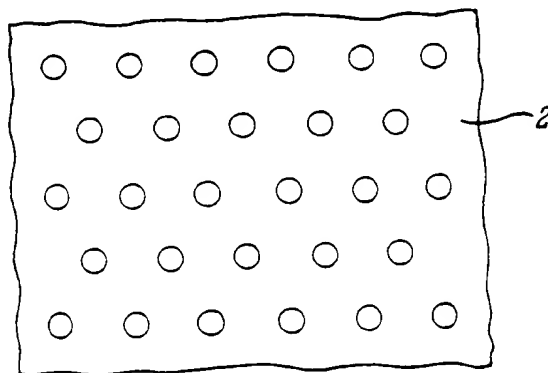


fig-5

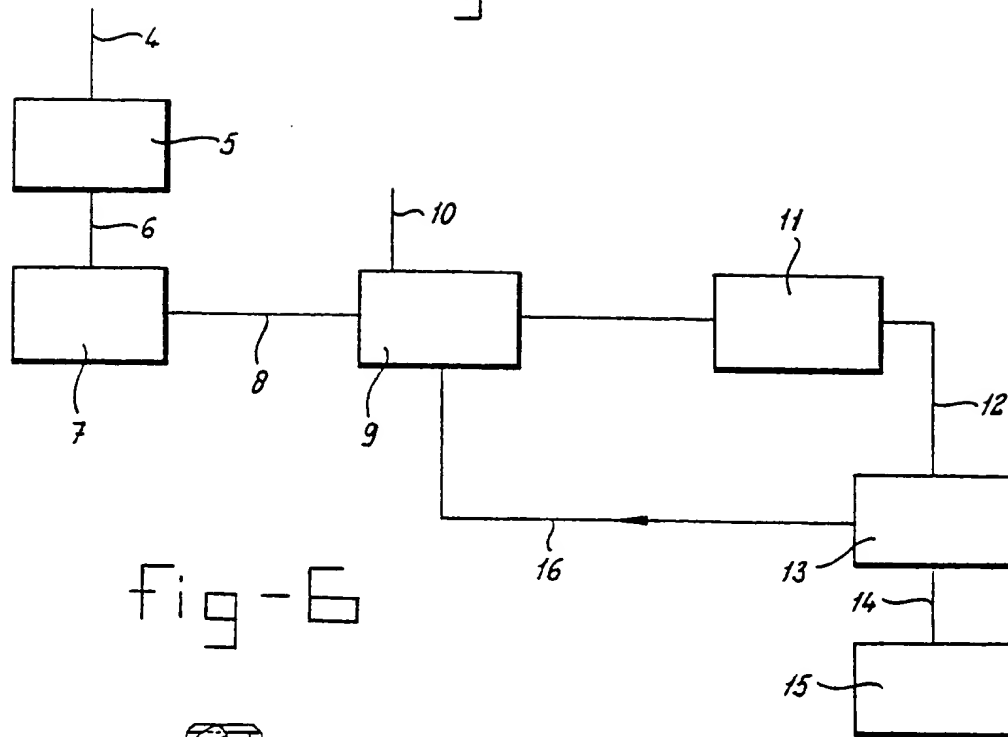


fig-6

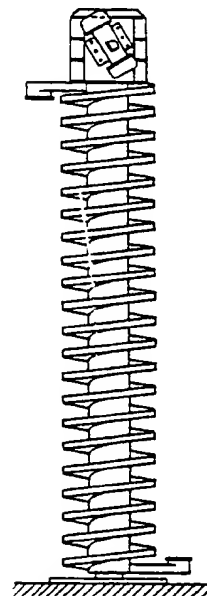
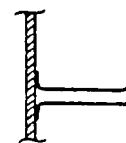


fig-7



8104925